

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift
⑪ DE 3439745 A1

⑳ Aktenzeichen: P 34 39 745.0
㉑ Anmeldetag: 26. 10. 84
㉒ Offenlegungstag: 15. 5. 85

⑤ Int. Cl. 3:
C 08 L 83/04
C 08 K 3/34
C 08 K 9/06
C 08 K 5/54
C 09 K 3/10

DE 3439745 A1

Notariatsamt

③0 Innere Priorität: ③2 ③3 ③1
28.10.83 DE 33 39 517.9

⑦1 Anmelder:
Lugato Chemie Dr. Büchtemann GmbH & Co, 2000
Hamburg, DE

⑦2 Erfinder:
Sproesser, Ulrich, Dr., 2000 Hamburg, DE; Plaß,
Heinrich, Dr., 2000 Barsbüttel, DE; Ivančić, Jakov,
Dipl.-Ing., 2000 Hamburg, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Kalthärtende dauerelastische Einkomponenten-Masse

Bei einer kalthärtenden dauerelastischen Einkomponenten-Masse, die insbesondere als Dichtstoff einsetzbar ist und die auf Siliconbasis mit Acetoxysilanen als Vernetzungsmittel und einem Füllstoff hergestellt ist, wird zur Erhöhung der Lagerstabilität und gleichzeitiger Verbesserung der mechanischen Eigenschaften als Füllstoff ein wasserfreies, oberflächenbehandeltes Silicat verwendet, das beispielsweise Kaolinit, Wollastonit, Talkum oder Feldspat sein kann und zu dessen Oberflächenbehandlung organofunktionelle Silane eingesetzt sind.

DE 3439745 A1

Lugato Chemie Dr. Büchtemann GmbH & Co., Helbingstraße 60/62,
2000 Hamburg 70

Kalthärtende dauerelastische Einkomponenten-Masse

P a t e n t a n s p r ü c h e :

1. Kalthärtende dauerelastische Einkomponenten-Masse, vorzugsweise Dichtstoff (Dichtungsmasse), auf Siliconbasis mit Acetoxysilanen als Vernetzungsmittel und mit einem Füllstoff, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß der Füllstoff im wesentlichen aus einem im wesentlichen wasserfreien, oberflächenbehandelten Silicat besteht.
2. Einkomponenten-Masse nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das Silicat aus der Gruppe Aluminiumsilicat, Calciummetasilicat, Magnesiumsilicat und/oder Alkali- sowie Erdalkali-Aluminiumsilicat ausgewählt ist.
3. Einkomponenten-Masse nach Anspruch 2, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das Silicat Wollastonit ist.
4. Einkomponenten-Masse nach Anspruch 2, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das Silicat ein Feldspat ist.
5. Einkomponenten-Masse nach Anspruch 2, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das Silicat Kaolinit ist.
6. Einkomponenten-Masse nach Anspruch 2, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das Silicat Talkum ist.
7. Einkomponenten-Masse nach Anspruch 2, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das Silicat Glimmer ist.

B 25 10 84

3439745

- 2 -

8. Einkomponenten-Masse nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Silicat mit organofunktionellen Silanen oberflächenbehandelt ist.
9. Einkomponenten-Masse nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Silicat mit einem Vinylsilan oberflächenbehandelt ist.
10. Einkomponenten-Masse nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Silicat mit Vinyltrimethoxysilan oberflächenbehandelt ist.
11. Einkomponenten-Masse nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Silicat mit Stearinsäure und/oder deren Derivaten, insbesondere Stearaten, oberflächenbehandelt ist.
12. Einkomponenten-Masse nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß der Füllstoff bis zu 50 Gew.-%, vorzugsweise bis zu 35 Gew.-% der Masse beträgt.

Lugato Chemie Dr. Büchtemann GmbH & Co., Helbingstraße 60/62,
2000 Hamburg 70

Kalthärtende dauerelastische Einkomponenten-Masse

Die Erfindung betrifft eine kalthärtende dauerelastische Einkomponenten-Masse, vorzugsweise einen Dichtstoff (Dichtungsmasse), auf Siliconbasis mit Acetoxysilanen als Vernetzungsmittel und mit einem Füllstoff.

Solche Massen, die, wie angegeben, bevorzugt als Dichtstoffe Verwendung finden, können beispielsweise auch als Klebstoffe zum Einsatz gelangen. Hauptanwendungsgebiete sind beispielsweise das Bauwesen und auch der Bootsbau, wobei aufgrund der Verwendung der Acetoxysilane als Vernetzungsmittel darauf zu achten ist, daß die Masse entweder auf nicht-alkalische oder zumindest auf entsprechend geprimerte Untergründe aufgetragen wird, um eine Reaktion der Essigsäure mit dem Untergrund zu vermeiden. Übliche weitere Bestandteile solcher Massen sind Weichmacher, deren Menge sich je nach dem Typ des verwendeten Silicons richtet, Verdickungsmittel zur Erhöhung der Thixotropie, wie z.B. hochdisperse Kieselsäure, Pigmente und/oder Katalysatoren, letztere zur Beschleunigung der Vernetzung bzw. Aushärtung.

Der Einsatz von Füllstoffen für solche Massen, insbesondere Dichtstoffen, ist aus verschiedenen Gründen zweckmäßig, indem dadurch einerseits die Materialkosten gesenkt werden können, andererseits aber für die Masse bestimmte mechanische oder sonstige Eigenschaften (Temperaturbeständigkeit, Abriebfestigkeit etc.) erzielt werden können. Allerdings verursachen die verschiedenen, als Füllstoffe in Betracht kommenden Materialien recht unterschiedliche Probleme. So ist beispielsweise Kreide zwar ein preiswertes Füllstoffmaterial, jedoch reagiert sie mit

der von den Acetoxysilanen freigesetzten Essigsäure, wodurch der Füllstoff zersetzt wird und die Lagerstabilität nicht in dem erforderlichen Maße gegeben ist. Um Reaktionen mit der Essigsäure zu verhindern, hat man schon versucht, ummantelte (gecoatete) Kreide einzusetzen, jedoch erfolgt aufgrund der mechanischen Beanspruchung der Schutzhülle beim Einarbeiten des Füllstoffes in die Masse sehr leicht eine Verletzung derselben, so daß der angestrebte Effekt nicht erzielt werden kann. Bei Einsatz von Feldspat oder Talkum hat man eine mangelnde Lagerstabilität des Dichtstoffes festgestellt. Bei organischen Füllstoffen wie z.B. Polyacrylnitril-Pulver ergeben sich Nachteile infolge einer mangelnden Temperatur- und UV-Beständigkeit, während der Einsatz von Schwerspat (Bariumsulfat) zu einem starken Anstieg des spezifischen Gewichts der Masse führt.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, unter Vermeidung der Nachteile der bekannten Massen eine preiswerte dauerelastische Einkomponenten-Masse der eingangs beschriebenen Art mit einem gegen Essigsäure resistenten Füllstoff zu schaffen, die damit eine erhöhte Lagerstabilität aufweist.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß der Füllstoff im wesentlichen aus einem im wesentlichen wasserfreien, oberflächenbehandelten Silicat besteht. Es hat sich gezeigt, daß durch die Oberflächenbehandlung eine Stabilisierung des Dichtstoffes erreicht und eine frühzeitige Vulkanisation der Einkomponenten-Masse, u.a. eine Reaktion des Füllstoffes mit dem Vernetzungsmittel, während der Lagerung der Masse vermieden wird. Aus dem gleichen Grunde muß der Füllstoff weitestgehend wasserfrei sein.

Das oberflächenbehandelte Silicat ist vorzugsweise ein Calciummetasilicat, z.B. ein Wollastonit. Als weitere zweckmäßige Silicate für die Oberflächenbehandlung sind Aluminiumsilicate,

z.B. Kaolinit, sowie Magnesiumsilicate, z.B. Talkum geeignet. In Betracht kommen aber auch Feldspäte (K-, Na-, Ca-Aluminium-Silicate) oder Glimmer (Hydroxyl- und Alkali-haltige Tonerde-Silicate). Zur Erzielung bestimmter Dichtstoffeigenschaften wie Zugfestigkeit, Dehnung, Oberflächenhärte od.dgl. können ggf. auch Mischungen nachbehandelter Silicate verwendet werden.

Die Oberfläche wird vorteilhaft mit organofunktionellen (reaktiven) Silanen behandelt.

Als besonders geeignet für das Silanisieren haben sich Vinylsilane, beispielsweise Vinyltrimethoxysilan herausgestellt.

Eine andere Möglichkeit der Oberflächenbehandlung des Silicat-Füllstoffes besteht darin, daß Stearinsäure und/oder deren Derivate, vorzugsweise Stearate, verwendet werden.

Der erfindungsgemäße Füllstoff wird der Masse vorzugsweise in einer Menge bis zu 35 Gew.-%, maximal bis zu 50 Gew.-%, zugesetzt.

Die mit den erfindungsgemäßen Dichtstoffen erzielbaren Vorteile bestehen neben deren hoher Lagerfähigkeit (Stabilität gegen Einflüsse von Luftfeuchtigkeit im Bereich des Kolbens, bei Abfüllung in Kartuschen, Vermeidung von "Stippen"-Bildung durch partielle Vulkanisation, Stabilisierung des Vernetzers) weiterhin in einer Verbesserung der Haftfähigkeit auf Lasuren sowie saugfähigen keramischen Untergründen sowie in einer Verbesserung der mechanischen Eigenschaften wie Weiterreißfestigkeit, Abriebfestigkeit, Zugfestigkeit etc. bei guter Verarbeitbarkeit aus der Kartusche. Zugleich wird die Standfestigkeit des Dichtstoffes in der Fuge erhöht und der Einsatz teurer hochdispenser Kieselsäure zumindest maßgeblich reduziert.

Weitere Vorteile und Möglichkeiten der Erfindung gehen aus der nachfolgenden Beschreibung konkreter Ausführungsbeispiele hervor.

Es wurden Versuche mit einem - üblichen - nicht gefüllten und einem erfindungsgemäß gefüllten Dichtstoff folgender Rezeptur ausgeführt:

	I	II
	transparent	gefüllt
Polymer (Silicon)	60	40
Weichmacher	28,3	18,8
Vernetzer (Acetoxysilan)	4,2	4,2
hochdisp. Kieselsäure	7,5	4
Wollastonit (oberflächenbehandelt)	-	30
Pigmente	-	3
Katalysator	0,02	0,02
	<hr/>	<hr/>
	100,02	100,02

Dabei wurde für das Polymer ein lineares $\omega\omega'$ -Dihydroxypolydimethylsiloxan mit einer Viskosität von 75 Pa.s, als Weichmacher ein lineares Polydimethylsiloxan (ohne funktionelle Gruppen), als Vernetzer ein Gemisch aus Bis-acetoxymethyl- und Tris-acetoxymethylsilan, als hochdisperse Kieselsäure eine pyrogene Kieselsäure, als Pigment Titandioxid und als Katalysator Dibutylzinndiacetat verwendet. Der Wollastonit ist feinstgemahlen (5 % > 16 μm , 25 % > 10 μm , 55 % > 6,3 μm , 75 % > 4 μm und 90 % > 2,5 μm) und mit 0,3 % Vinyltrimethoxysilan nachbehandelt.

Mit den beiden Massen I und II, von denen I lediglich als Vergleichsmasse ohne Füllstoff eingesetzt wurde, sind folgende Eigenschaften erzielt worden:

	I	II
Modul (DIN 53 504) N/mm ²	0,4	0,5
Zugfestigkeit (DIN 53 504) N/mm ²	1,2	1,8
Dehnung (DIN 53 504) %	600	400
Rückstellvermögen (DIN 52 458) %	95	95
Shore-A-Härte (DIN 53 505)	18	25
Weiterreißfestigkeit (ASTMD 624 Form B) N/mm	4,5	8.

Die angegebenen Werte sind Mittelwerte, die sich aus einer Mehrzahl von Versuchsreihen ergeben haben. Bei geringeren Mengen an Füllstoff erhöhen sich die Werte für die Dehnung, während sich die Werte für den Modul, die Zugfestigkeit, die Shore-Härte und die Weiterreißfestigkeit verringern. Das Rückstellvermögen bleibt im wesentlichen gleich.

Der Dichtstoff des Beispiels II zeigte sich als äußerst lagerstabil und nicht gilbend (also lichtbeständig), und er haftete gut ohne Primer auf keramischen Werkstoffen, Glas, Edelstahl, Lasuren und eloxiertem Aluminium.